#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-142313

(43) Date of publication of application: 25.05.2001

(51)Int.Cl.

G03G 15/16

C08G 73/10

C08J 5/00

C08K 3/04

C08L 79/08

(21)Application number : 11-324588

(71)Applicant: NITTO DENKO CORP

(22) Date of filing:

15.11.1999

(72)Inventor: TOMITA TOSHIHIKO

IWAMOTO TOSHIAKI WATANABE YOSHINOBU

#### (54) ELECTRICALLY SEMICONDUCTIVE BELT

#### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrically semiconductive belt which has excellent functions of transfer, transportation or the like and excellent durability by improving balance between flexibility and rigidity. SOLUTION: In the electrically semiconductive belt constituted by containing an electrically conductive filler in a polyimide resin, the polyimide resin is a copolymer which is formed by repetition of A component constituted by imide bonding of a whole aromatic skeleton being a tetracarboxylic acid residue and a p-phenylene skeleton being a diamine residue and B component constituted by imide bonding of the whole aromatic skeleton being the tetracarboxylic acid residue and a diphenylether skeleton being the diamine residue and/or a blending body constituted by blending a polymer having repetitive units of the A component and a polymer having repetitive units of the B component. Further when molar % of the A component in total repetitive units of the polyimide resin is R and parts by weight of the electrically conductive filler per polyimide resin 100 parts by weight is W, formula: 65-W≤R is satisfied.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

10.07.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

#### (19)日本国特許庁 (JP)

# (12)公開特許公報 (A)

# (11)特許出願公開番号 特開2001-142313

(P2001-142313A) (43)公開日 平成13年5月25日(2001.5.25)

(51) Int. Cl. 7	識別記号	FΙ	テーマコート゜(参
G03G 15/16		G03G 15/16	2HO32
C08G 73/10		C08G 73/10	4F071
C08J 5/00	CFG	CO8J 5/00	CFG 4J002
C08K 3/04		C08K 3/04	4J043
CO8L 79/08		CO8L 79/08	Z
		審査請求	未請求 請求項の数3 〇L (全8頁
(21)出願番号	特願平11-324588	(71)出願人	000003964
			日東電工株式会社
(22)出願日	平成11年11月15日(1999.11.15)		大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号
		(72)発明者	富田 俊彦
	·		大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東
			電工株式会社内
		(72)発明者	岩元 登志明
			大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東
			電工株式会社内
		(74)代理人	100092266
			弁理士 鈴木 崇生 (外4名)
			最終頁に続

### (54) 【発明の名称】半導電性ベルト

#### (57)【要約】

【課題】 可とう性と剛性のバランスを改善することで、転写、搬送等の機能が良好で、耐久性にも優れる半 導電性ベルトを提供する。

【解決手段】 ポリイミド樹脂に導電性フィラーを含有してなる半導電性ベルトにおいて、前記ポリイミド樹脂は、テトラカルボン酸残基である全芳香族骨格とジアミン残基である アーフェニレン骨格とがイミド結合してなる A成分と、テトラカルボン酸残基である全芳香族骨格とジアミン残基であるジフェニルエーテル骨格とがイミド結合してなる B成分とを繰返してなる共重合体、及びを繰返し単位とする重合体とB成分を繰返し単位とする重合体とを混合してなるブレンド体であると共に、前記ポリイミド樹脂の全繰返し単位中の前記 A成分のモル%をR、前記導電性フィラーのポリイミド樹脂100重量部に対する重量部数をWとするとき、65-W≤Rを満たす。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリイミド樹脂に導電性フィラーを含有 してなり、表面抵抗率が10%~101% Ω/□、体積抵 抗率が $10^{\circ}$ ~ $10^{\circ}$   $\Omega$ ・c mである半導電性ベルトに おいて、

前記ポリイミド樹脂は、テトラカルボン酸残基である全 芳香族骨格とジアミン残基であるp-フェニレン骨格と がイミド結合してなるA成分と、テトラカルポン酸残基 である全芳香族骨格とジアミン残基であるジフェニルエ ーテル骨格とがイミド結合してなるB成分とを繰返して 10 なる共重合体、及び/又は前記A成分を繰返し単位とす る重合体と前記B成分を繰返し単位とする重合体とを混 合してなるプレンド体であると共に、

前記ポリイミド樹脂の全繰返し単位中の前記A成分のモ ル%をR、前記導電性フィラーのポリイミド樹脂100 重量部に対する重量部数をWとするとき、

#### $6.5 - W \leq R$

を満たすことを特徴とする半導電性ベルト。

である請求項1又は2記載の半導電性ベルト。

【請求項2】 前記ポリイミド樹脂は、3,3',4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物とp-フェ 20 にある。 ニレンジアミンと4,4'-ジアミノジフェニルエーテ ルとの共重合体である請求項1記載の半導電性ベルト。 【請求項3】 前記導電性フィラーがカーボンブラック

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリイミド樹脂に 導電性フィラーを含有してなる半導電性ベルトに関し、 特に電子写真記録装置の中間転写ベルトや転写搬送ベル ト等として有用なものである。

#### [0002]

【従来の技術】従来より電子写真方式で像を形成記録す る電子写真記録装置としては、複写機やレーザープリン タ、ビデオプリンタやファクシミリ、それらの複合機等 が知られている。この種の装置では装置寿命の向上など を目的として、感光ドラム等の像担持体上の像を中間転 写ベルトに一旦転写し、それを印刷シート上に転写・定 着させる中間転写方式等が一部採用されている。また装 置の小型化等を目的に、搬送ベルトで印刷シートを搬送 しながら転写を行う方式も採用されている。

【0003】この様な中間転写ベルトや転写搬送ベルト 等に用い得る半導電性ベルトとして、例えば特開平5-77252号公報及び特開平10-63115号公報に は、機械特性や耐熱性に優れたポリイミド樹脂に導電性 フィラーを分散してなる中間転写ベルトが提案されてい る。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これま でに提案されているポリイミド樹脂からなる半導電性ベ ルトは可とう性と剛性のバランスが悪く、中間転写ベル 50

トや転写搬送ベルトとしての耐久性等が十分とは言えな かった。例えば、特開平10-63115号公報のベル トでは、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボ ン酸二無水物とpーフェニレンジアミンと重合物である ポリアミド酸(Uワニス-S)をポリイミド樹脂の原料 とし、これに導電性フィラーを分散したベルトが開示さ れているが、このタイプの中間転写ベルトでは、可とう 性が不十分で、切り裂き強度の低下が見られ、長期使用 においてベルト端部から割れが生じ易いという問題があ る。

【0005】一方、ジアミン成分として、屈曲性を有す る4、4'ージアミノジフェニルエーテルのみを用いて 製造したポリイミド製の半導電性ベルトも知られている が、引っ張り弾性率が十分でないため、中間転写ベルト 等に使用すると、画像にズレが生じ易く、特にカラー画 像の場合に色ズレの問題が顕著になる。

【0006】そこで、本発明の目的は、可とう性と剛性 のバランスを改善することで、転写、搬送等の機能が良 好で、耐久性にも優れる半導電性ベルトを提供すること

#### [0007]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的 を達成すべく、ポリイミド樹脂の共重体化もしくはブレ ンド化、またその成分及び量などについて鋭意研究した ところ、導電性フィラーの含有量と剛直成分(ハードセ グメント)の比率の関係が特定条件を満たす場合に、可 とう性と剛性のバランスが良好になることを見出し、本 発明を完成するに至った。

【0008】即ち、本発明は、ポリイミド樹脂に導電性 フィラーを含有してなり、表面抵抗率が10°~10'6 **Ω/**□、体積抵抗率が10°~10'6Ω・cmである半 導電性ベルトにおいて、前記ポリイミド樹脂は、テトラ カルボン酸残基である全芳香族骨格とジアミン残基であ るpーフェニレン骨格とがイミド結合してなるA成分 と、テトラカルポン酸残基である全芳香族骨格とジアミ ン残基であるジフェニルエーテル骨格とがイミド結合し てなる B 成分とを繰返してなる共重合体、及び/又は前 記A成分を繰返し単位とする重合体と前記B成分を繰返 し単位とする重合体とを混合してなるプレンド体である 40 と共に、前記ポリイミド樹脂の全繰返し単位中の前記A 成分のモル%をR、前記導電性フィラーのポリイミド樹 脂100重量部に対する重量部数をWとするとき、65 -W≦Rを満たすことを特徴とする。

【0009】上記において、前記ポリイミド樹脂は、 3, 3', 4, 4'ーピフェニルテトラカルボン酸二無 水物とp-フェニレンジアミンと4,4'-ジアミノジ フェニルエーテルとの共重合体であることが好ましい。 【0010】また、前記導電性フィラーがカーポンプラ ックであることが好ましい。

【0011】[作用効果]本発明によると、実施例の結

果が示すように、半導電性ベルトの可とう性と剛性のバランスが良好になるため、転写、搬送等の機能が良好で、耐久性にも優れる半導電性ベルトとなる。その理由の詳細は明確ではないが、次のように推測される。

【0012】B成分は屈曲性のジフェニルエーテル骨格を有するため、そのモル比率を変えることで、可とう性と剛性のバランスを変化させることができる。一方、導電性フィラーはその量によって、ベルトの機械特性を変化させるが、上記のバランスへの影響が大きいため、導電性フィラーの含有量に応じて、A成分の適切なモル%10の範囲を変える必要が生じる。その際、上記の条件を満たすことで、転写、搬送等の機能が良好で、耐久性にも優れる半導電性ベルトとなると考えられる。

【0013】前記ポリイミド樹脂が、3,3',4,4'ーピフェニルテトラカルボン酸ニ無水物とpーフェニレンジアミンと4,4'ージアミノジフェニルエーテルとの共重合体である場合、3,3',4,4'ーピフェニルテトラカルボン酸ニ無水物とpーフェニレンジアミンによりA成分が形成され、3,3',4,4'ーピフェニルテトラカルボン酸ニ無水物と4,4'ージアミンによりB成分が形成され、これらが共重合成分となるため、ブレンド体と比べて、導電性フィラーの分散性が良好になる。また、3,3',4,4'ーピフェニルテトラカルボン酸ニ無水物がピフェニル骨格を有するため、耐吸湿性や耐クリープ性でも優れた半導電性ベルトとなる。

【0014】前記導電性フィラーがカーボンブラックである場合、導電性の調整に伴う機械特性の変動が小さ、く、上記のように可とう性と剛性のバランスを良好にすることで、更に機械特性を改善することができる。 【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について説明する。本発明の半導電性ベルトは、ポリイミド樹脂に導電性フィラーを含有してなるものである。

【0017】かかる共重合体は、例えばA成分を形成するための全芳香族骨格を有するテトラカルボン酸二無水物等の酸成分、及びp-フェニレン骨格を有するジアミン成分、並びにB成分を形成するための全芳香族骨格を有するテトラカルボン酸二無水物等の酸成分(A成分と同じ場合は不要)、及びジフェニルエーテル骨格を有す50

るジアミン成分を共重合することで得ることができる。 また、ブレンド体は、例えばA成分を形成するための全 芳香族骨格を有するテトラカルボン酸二無水物等の酸成 分、及びp-フェニレン骨格を有するジアミン成分を予 め重合してポリアミド酸(重合ワニス)を得ると共に、 B成分を形成するための全芳香族骨格を有するテトラカ ルボン酸二無水物等の酸成分、及びジフェニルエーテル 骨格を有するジアミン成分を予め重合してポリアミド酸 (重合ワニス)を得た後、両者のポリアミド酸を混合し てからイミド転化することで得ることができる。

【0018】上記の全芳香族骨格を有するテトラカルボン酸二無水物としては、ピロメリット酸二無水物、3,3',4'ーピフェニルテトラカルボン酸二無水物、2,3,3',4'ーピフェニルテトラカルボン酸ニ無水物、2,3,6,7ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1,2,5,6ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1,4,5,8ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1,4,5,8ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、又はこれらの芳香環を低級アルキル基等で置換した化合物等が挙げられる。これらのうち、特に3,3',4,4'ーピフェニルテトラカルボン酸二無水物が好ましい。

【0019】また、p-フェニレン骨格を有するジアミ ン成分としては、p-フェニレンジアミン又はその芳香 環を低級アルキル基等で置換した化合物等が挙げられ る。ジフェニルエーテル骨格を有するジアミン成分とし ては、4,4'-ジアミノジフェニルエーテル、 3'-ジアミノジフェニルエーテル又はこれらの芳香環 を低級アルキル基等で置換した化合物等が挙げられる。 【0020】本発明における導電性フィラーとしては、 30 導電性もしくは半導電性の微粉末が使用でき、特に制限 はないが、ケッチエンブラック、アセチレンブラック等 のカーボンプラック、アルミニウムやニッケル等の金 属、酸化錫等の酸化金属化合物、チタン酸カリウム等が 例示できる。そしてこれらを単独、あるいは併用して使 用してもよい。本発明では、カーボンブラックを導電性 フィラーとして使用するのが好ましいが、特に、平均一 次粒子径が、5~100nmのものが好ましく、特に1 0~50 nmのものが好ましい。平均一次粒子径が10 0 nmを超えるものは、機械特性や電気抵抗値の均一性

【0021】 導電性フィラーの配合量はフィラーの種類、粒子径、分散状態によっても異なるが、ポリイミド樹脂(固形分)100重量部に対して、 $1\sim50$ 重量部の範囲が好ましく、 $2\sim30$ 重量部がより好ましい。本発明では、導電性フィラーを選択することと適当な配合量の組み合わせにより、中間転写ベルト等に適した表面抵抗率( $10^{\circ}\sim10^{\circ}\Omega$ ・cm)の範囲に調整される。

【0022】体積抵抗率等が高すぎるとトナー像の転写時に転写ベルトが著しく帯電することから像担持体と離

れる際、剥離放電が起こり転写されたトナー像が飛散す る。また、体積抵抗率等が低すぎる場合、転写ベルトと 像担持体との間に過大な電流が流れることから、ベルト に転写されたトナー像が像担持体に戻ってしまう。かか る観点より、好ましくは、表面抵抗率が10'°~10'' **Ω/**□、体積抵抗率が10'°~10''Ω・cmである。

【0023】本発明では、導電性フィラーの配合量に応 じて適切なポリイミド樹脂の組成範囲が存在する。即 ち、本発明の半導電性ベルトは、ポリイミド樹脂の全繰 返し単位中の前記A成分のモル%をR、導電性フィラー 10 のポリイミド樹脂100重量部に対する重量部数をWと するとき、65-W≦Rを満たすことを特徴し、好まし くは、70-W≦R≦100-(W/20)を満たす場 合である。Rが小さ過ぎると、引張り弾性率が低下し易 く、ベルトとしては、伸びが大きく使用が困難になる。 Rが大き過ぎると、引き裂き強度が低下し易く、使用時 に割れの発生が生じ易くなる傾向がある。

【0024】本発明の半導電性ベルトは、例えば、ポリ イミドの前駆体であるポリアミド酸を合成する際に使用 する溶媒に導電性フィラーを均一分散させた後、ジアミ 20 ン成分(p-フェニレンジアミンと4,4'-ジアミノ ジフェニルエーテル等)と酸二無水物成分(3,3', 4,4'-ピフェニルテトラカルボン酸二無水物等)を 特定量添加し共重合してポリアミド酸溶液を得た後、こ のポリアミド酸溶液をベルト状に製膜し、加熱乾燥、イ ミド転化を行って製造することができる。また、その 際、ポリアミド酸として、上記の如き混合物を使用する ことで、ポリイミド樹脂のプレンド体に導電性フィラー を含有してなる半導電性ベルトを製造することができ

【0025】上記したテトラカルボン酸二無水物とジア ミンを重合反応させる際の溶媒としては、溶解性などの 点により極性溶媒が好ましく、例えば、N-メチル-2 -ピロリドン、N, N-ジアルキルアミド類が好まし い。重合反応させる際のモノマー濃度は、5~30重量 %が好ましい。また、反応温度は80℃以下に設定する ことが好ましく、特に好ましくは5~50℃であり、反 応時間は約0.5~10時間である。

【0026】ポリイミド樹脂に導電性フィラーを均一に 分散する方法としては特に制限はなく、ポリイミドの前 40 駆体であるポリアミド酸溶液に導電性フィラーをプラネ タリーミキサーやビーズミルや三本ロール等で混合・分 散する方法や、ポリアミド酸合成時に使用する溶媒中に 導電性フィラーをボールミルあるいは超音波等で分散 後、この溶媒を用いてポリアミド酸を合成する方法等が ある。

【0027】製膜法については特に制限はなく、金型の 内周面、あるいは外周面に導電性フィラーを含有するポ リアミド酸を浸漬法、遠心成型法、コーティング法等に より塗布した後、溶媒除去、イミド転化し、その後、金 50 あり、カーボンブラックの添加量はポリイミド固型分1

型より剥離することにより得ることが出来る。その際、 イミド転化の加熱温度は、ポリイミド樹脂の種類にもよ るが、例えば300~450℃で行われ、イミド転化が 十分完了するまで行うのが好ましい。また、必要に応じ て、金型を離型処理してもよく、また、脱泡工程を行っ てもよい。

【0028】以上のようにして得られる本発明の半導電 性ベルトは、引張り弾性率が3920N/mm'以上 で、かつ、引き裂き強度が2.94N/mm¹以上であ ることが好ましく、引張り弾性率が4900N/mm<sup>1</sup> 以上で、かつ、引き裂き強度が3.43N/mm<sup>i</sup>以上 であることがより好ましい。

【0029】本発明の半導電性ベルトの厚さは、その使 用目的などに応じて適宜決定しうるが、一般には強度や 柔軟性等の機械特性などの点により、厚さ5~500μ mが好ましく、厚さ20~200 $\mu$ mがより好ましい。 【0030】本発明の半導電性ベルトは、前記のような 電気特性および機械特性により、電子写真記録装置の中 間転写ベルトや転写搬送ベルト等として有用である。 [0031]

【実施例】以下、本発明の構成と効果を具体的に示す実 施例等について説明する。

【0032】実施例1-1

1847gのN-メチル-2-ピロリドン(NMP)中 に乾燥したカーボンブラック (三菱化学社製, MA-1 00, 平均一次粒子径22nm) 77.0g(ポリイミ ド固型分100重量部に対し20重量部)をボールミル で6時間(室温)混合した。このNMPに3,3', 4, 4'ービフェニルテトラカルボン酸二無水物(BP DA) 294. 2gとp-フェニレンジアミン (PD A) と4, 4'ージアミノジフェニルエーテル(DD E) をモル比PDA/DDE=8/2でそれぞれ86. 56g、40gを溶解し、窒素雰囲気中において、室温 で4時間撹拌しながら反応させて、ポリアミド酸溶液を 得た。

【0033】内径300mm、長さ500mm、の内面 に上記ポリアミド酸溶液をディスペンサーで厚さ400 μmに塗布後、1500rpmで10分間回転させ均一 な塗布面を得た。次に、250 r pmで回転させなが ら、金型の外側より60℃の熱風を30分間あてた後、 150℃で60分間加熱、その後300℃まで2℃/分 の昇温速度で昇温し、更に300℃で30分間加熱し、 溶媒の除去、脱水閉環水の除去、及びイミド転化を行っ た。その後室温に戻し、金型から剥離し、目的とする中 間転写ベルトを得た。この物の厚さは75μmであっ

【0034】実施例1-2

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPD A/DDE=5/5 (それぞれ54.1g/100gで 00重量部に対し20重量部)とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0035】比較例1-1

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=4/6(それぞれ43.28g/120gであり、カーボンブラックの添加量はポリイミド固型分100重量部に対し20重量部)とする以外は、実施例1-1と同様の操作を行い、厚さ $75\mu$ mの中間転写べ 10ルトを得た。

#### 【0036】比較例1-2

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=10/0(それぞれ108.2g/0gであり、カーボンブラックの添加量はポリイミド固型分100 重量部に対し100 20 重量部)とする以外は、実施例100 1 と同様の操作を行い、厚さ100 7 5 100 mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0037】実施例2-1

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPD 20 A/DDE=9/1(それぞれ97.38g/20g)とし、かつカーボンブラックの添加量を38.5g(ポリイミド固型分100重量部に対し10重量部)とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0038】実施例2-2

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=6/4(それぞれ64.97g/80g)とし、かつカーボンブラックの添加量をポリイミド固型 30分100重量部に対し10重量部とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0039】比較例2-1

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=5/5(それぞれ54.1g/100g)とし、かつカーボンブラックの添加量をポリイミド固型分100重量部に対し10重量部とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0040】比較例2-2

実施例 1-1 において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=4/6(それぞれ43.28g/120g)とし、かつカーボンプラックの添加量をポリイミド 固型分 100 重量部に対し 10 重量部とする以外は、実施例 1-1 と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例 1-1 と同じ方法で製膜し、厚さ  $75\mu$  mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0041】実施例3-1

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=7/3(それぞれ75.74g/60g)とし、かつカーボンブラックの添加量を115.4g(ポリイミド固型分100重量部に対し30重量部)とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0042】実施例3-2

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=4/6(それぞれ43.28 g/120 g)とし、かつカーボンブラックの添加量をポリイミド 固型分100 重量部に対し30 重量部とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0043】比較例3-1

実施例 1-1 において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=3/7(それぞれ32.46 g/140 g)とし、かつカーボンブラックの添加量をポリイミド 固型分 100 重量部に対し30 重量部とする以外は、実施例 1-1 と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例 1-1 と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$  mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0044】比較例3-2

実施例1-1において、PDAとDDEのモル比をPDA/DDE=10/0(それぞれ108.2g/0g)とし、かつカーボンブラックの添加量をポリイミド固型分100重量部に対し30重量部とする以外は、実施例1-1と同様にして、ポリアミド酸溶液を得た。その後、実施例1-1と同じ方法で製膜し、厚さ $75\mu$ mの中間転写ベルトを得た。

#### 【0045】実施例4

1480.5gのNMP中に乾燥したカーボンブラック (三菱化学社製, MA-100, 平均一次粒子径22nm)77.0g(ポリイミド固型分100重量部に対し20重量部)をボールミルで6時間(室温)混合した。このNMPにBPDA235.36gとPDA86.56gを溶解し、窒素雰囲気中において、室温で4時間撹拌しながら反応させて、ポリアミド酸溶液を得た。また、カーボンブラックを含まないNMP366.6gにBPDA58.84gとDDE40gを溶解し、窒素雰囲気中において、室温で4時間撹拌しながら反応させて、ポリアミド酸溶液を得た。両者のポリアミド酸溶液を得た。両者のポリアミド酸溶液を30分間攪拌・混合してポリアミド酸混合溶液を得た。

【0046】内径300mm、長さ500mm、の内面 に上記ポリアミド酸混合溶液をディスペンサーで厚さ4 00μmに塗布後、1500rpmで10分間回転させ 50 均一な塗布面を得た。次に、250rpmで回転させな がら、金型の外側より60℃の熱風を30分間あてた後、150℃で60分間加熱、その後300℃まで2℃/分の昇温速度で昇温し、更に300℃で30分間加熱し、溶媒の除去、脱水閉環水の除去、及びイミド転化を行った。その後室温に戻し、金型から剥離し、目的とする中間転写ベルトを得た。この物の厚さは $75\mu$ mであった。

9

#### 【0047】評価試験

以上の実施例、比較例で得た半導電性ベルトについて下記の特性を調べた。

【0048】(1)表面抵抗率とそのバラツキハイレスタIP MCP-HT260(三菱油化製、プロープHR-100)にて印加電圧100V、10秒値の測定条件による25℃、60%RHでの表面抵抗率を調べた。また、1本のベルトの10箇所を測定して、その変動幅により表面抵抗率のバラツキを評価した。○は表面抵抗率のバラツキが1桁以内におさまるものを、×は表面抵抗率のバラツキが1桁以内におさまらないものを表す。

【0049】(2)体積抵抗率とそのバラツキ ハイレスタIP MCP-HT260(三菱油化製、プ ローブHR-100)にて印加電圧100V、30秒値の測定条件による25℃、60%RHでの体積抵抗率を調べた。また、1本のベルトの10箇所を測定して、その変動幅により体積抵抗率のバラツキを評価した。 $\bigcirc$ は体積抵抗率のバラツキが1 桁以内におさまるものを、 $\times$ は体積抵抗率のバラツキが1 桁以内におさまらないものを表す。

【0050】(3)引張り強度、伸び、弾性率 ダンベル3号の打ち抜き試験片(幅5mm)について、 10 引張り強度(速度100mm/分)、弾性率および破断 時の伸びを調べた。

【0051】(4)引き裂き強度

トラウザー引き裂き法にて試験速度 1 0 mm/分で引き 裂き強度を測定し、厚さで換算した。

【0052】(5)画像転写性

実施例、比較例で得た半導電性ベルトを市販の複写機 に、中間転写兼用の記録シート搬送ベルトとして組み込 み、画像転写性のテストを行った。

【0053】以上の評価結果を表1~表4に示す。

[0054]

【表1】

	実施 1-1	実施 1-2	比較 1-1	比較 1-2
PDAモル% (=R)	8 0	5 0	4 0	100
<b>  ベルト厚み(μ m)</b>	7 5	75	7 5	7 5
表面抵抗率ρs (Ω/□)	1012	1012	1012	1012
ρsのパラツキ	0	0	0	0
体積抵抗率ρv (Ω·cm)	1013	1013	1013	1013
ρνのバラツキ	0	0	0	0
引張り強度(N/mm²)	265	255	255	265
引張り弾性率(N/mm²)	4910	4120	3430	5880
引張り破断伸び(%)	11	3 8	42.	14
引き裂き強度(N/mm)	5.4	6. 7	7.5	4.4
画像転写性	0	0	色ズレ	ベルト切
			発生	れ発生

【表2】

12

	実施 2-1	実施 2-2	比較 2-1	比較 2-2
PDAモル% (=R)	9 0	6 0	5 0	100
<b>ベルト厚み(μm)</b>	7 5	7 5	7 5	75
表面抵抗率ρs (Ω/□)	1 014	1014	1014	1014
ρsのパラツキ	0	0	0	0
体積抵抗率ρv (Ω·cm)	1 0 1 5	1015	1015	1015
ρνのパラツキ	0	0	0	0
引張り強度(N/mm²)	284	255	255	284
引張り弾性率(N/mm²)	5390	4410	4120	5880
引張り破断伸び (%)	14	30	3 5	1 5
引き裂き強度(N/mm)	4.6	6. 7	7.4	4.5
画像転写性	0	0	色ズレ	ベルト切
			発生	れ発生
	ı	l		

# 【表3】

	実施 3-1	実施 3-2	比較 3-1	比較 3-2
PDAモル% (=R) ベルト厚み (μm) 表面抵抗率ρs (Ω/□) ρs のバラツキ 体積抵抗率ρv (Ω・cm) ρvのバラツキ 引張り強度 (N/mm²) 引張り弾性率 (N/mm²) 引張り破断伸び (%) 引き裂き強度 (N/mm) 画像転写性	7 0 7 5 1 0 <sup>10</sup> O 1 0 <sup>11</sup> O 2 4 5 5 4 8 8 1 1 4. 1	40 75 10 <sup>10</sup> O 10 <sup>11</sup> O 255 3920 28 5.9	30 75 10 <sup>10</sup> 〇 10 <sup>11</sup> 〇 245 3430 32 6.5	100 75 1010 O 1011 O 265 6370 12 3.9
四涿瓜子生	O		色スレ発生	ベルト切れ発生

# 【表4】

	実施例4	比較 1-2
A成分のモル% (=R) ベルト厚み (μm) 表面抵抗率ρs (Ω/□) ρsのパラツキ 体積抵抗率ρν (Ω・cm) ρνのパラツキ 引張り強度 (N/mm²) 引張り弾性率 (N/mm²) 引張り破断伸び (%) 引き裂き強度 (N/mm) 画像転写性	8 0 7 5 1 0 <sup>12</sup> O 1 0 <sup>13</sup> O 2 6 5 4 9 1 0 1 1 5. 4	100 75 10 <sup>12</sup> 〇 10 <sup>18</sup> 〇 265 5880 14 4.4
	·	れ発生

13

では、引張り弾性率が小さく、画像転写性が悪くなり、き強度が小さいなどの理由から、ベルトの耐久性が劣っ A成分のモル%(R)が大きすぎる比較例では、引き裂 ていた。

フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 義宣

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東 電工株式会社内

Fターム(参考) 2H032 BA09 BA18

4F071 AA60 AB03 AF37Y BC07 4J002 CM041 DA036 FD116 GM01 4J043 PA04 QB26 QB31 RA34 SA06 SB03 TA14 TA22 TB01 UA121 UA131 UA132 UB121 ZA44 ZA45 ZB60